

⑤

BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND

Int. Cl.:

C 07 c. 101/54

C 08 g. 41/04

DEUTSCHES



PATENTAMT

⑤2

Deutsche Kl.:

12 q, 6/02

39 b5, 41/04

⑩

⑪

# Offenlegungsschrift 2064 305

②1

Aktenzeichen: P 20 64 305.4

②2

Anmeldetag: 29. Dezember 1970

④3

Offenlegungstag: 6. Juli 1972

Ausstellungspriorität: —

③0

Unionspriorität

③2

Datum: —

③3

Land: —

③1

Aktenzeichen: —

⑤4

Bezeichnung: Kernalkylierte Anthranilsäureester

⑥1

Zusatz zu: —

⑥2

Ausscheidung aus: —

⑦1

Anmelder: Farbenfabriken Bayer AG, 5090 Leverkusen

Vertreter gem. § 16 PatG: —

⑦2

Als Erfinder benannt. Freitag, Dieter, Dr.; Krimm, Heinrich, Dr.; 4150 Krefeld;  
Boie, Immo, Dr., 5000 Köln-Flittard

LEVERKUSEN-Bayerwerk 28. DEZ. 1970

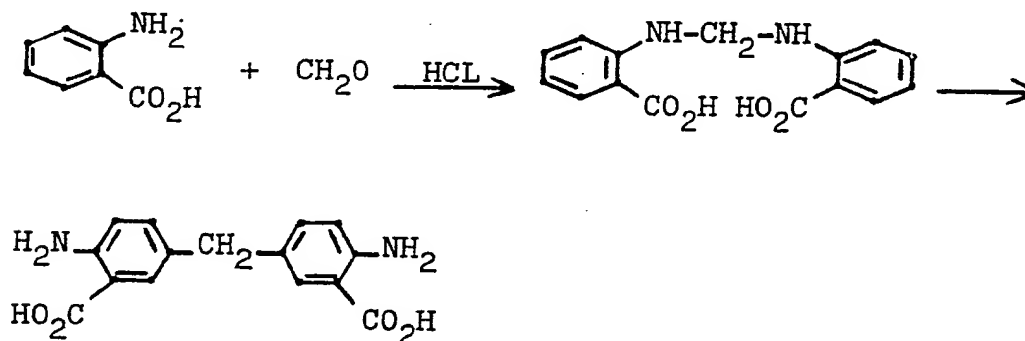
Patent-Abteilung

Sdt/Wi.

## Kernalkylierte Anthranilsäureester

Die Erfindung betrifft kernalkylierte Anthranilsäureester.

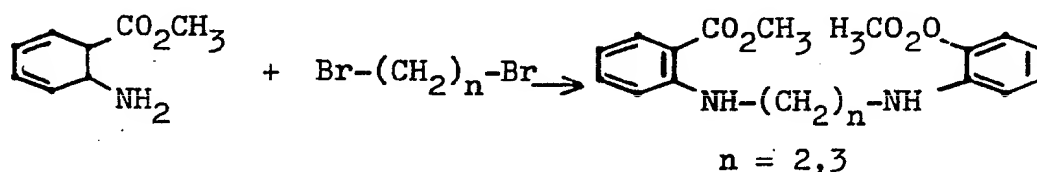
Bekannt ist die Umsetzung von Formaldehyd mit Anthranilsäure über die Zwischenstufe der am Stickstoff alkylierten Verbindung zur 5,5'-Methylenbisanthranilsäure.



Nach der deutschen Patentschrift 930 409 wird zur Erzielung guter Ausbeuten an 5,5'-Methylenbisanthranilsäure ein Überschuß an Salzsäure, bezogen auf die eingesetzte Anthranilsäure, und eine Reaktionstemperatur von etwa 50 - 60 °C empfohlen.

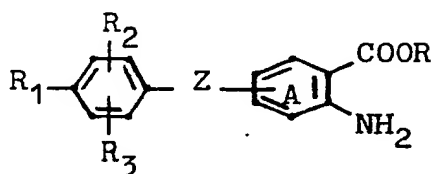
Unter diesen Bedingungen ist Anthranilsäure nur mit dem hochreaktiven Formaldehyd nicht aber mit Olefinen oder tertiären

Alkoholen am Kohlenstoff alkylierbar, da der aromatische Kern der Anthranilsäure durch die Carboxylgruppe stark desaktiviert ist. So erhält man trotz einer gegenüber der Umsetzung mit Formaldehyd gesteigerten Reaktionstemperatur von 140 - 150 °C mit 1,2-Dibromäthan oder 1,3-Dibrompropan und Anthranilsäuremethylester nur ein N,N'-Alkylierungsprodukt, eine Umlagerung in gewünschtem Sinne bleibt aus [Rec. trav. chim. 61, 486 und 494 (1942)].



Nach dem Stand der Technik war demnach eine C-Alkylierung eines in seiner Reaktivität gegenüber aromatischen Aminen geschwächten Anthranilsäureesters mit Verbindungen der weiter unten angegebenen allgemeinen Formel A (vgl. Seite 5) nicht zu erwarten.

Gegenstand der Erfindung sind kernalkylierte Anthranilsäureester der allgemeinen Formel

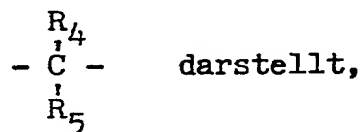


worin

- R            C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-Alkyl oder Phenyl,  
 R<sub>1</sub>            Wasserstoff, OH, O-Alkyl (C<sub>1</sub>-C<sub>18</sub>) oder  
               NH-CO-Alkyl (C<sub>1</sub>-C<sub>17</sub>) bedeuten,  
 R<sub>2</sub> und R<sub>3</sub>    gleich oder verschieden sein können, in o-  
                   oder m-Stellung zu R<sub>1</sub> stehen und Wasserstoff,  
                   C<sub>1</sub>-C<sub>18</sub>-Alkyl, O-Alkyl (C<sub>1</sub>-C<sub>18</sub>) oder Halogen  
                   bedeuten,

## 3

Z in o- oder p-Stellung zur Aminogruppe des Kerns A steht und die Gruppierung



worin

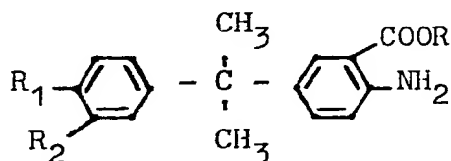
$R_4$   $C_1$ - $C_{18}$ -Alkyl, und

$R_5$  Wasserstoff oder  $C_1$ - $C_4$ -Alkyl oder Aryl ist, oder

$R_4$  und  $R_5$  gemeinsam mit dem C-Atom, an das sie gebunden sind, einen 5- oder 6-gliedrigen cycloaliphatischen Ring darstellen,

wobei, wenn  $R_4$  und  $R_5$  beide  $CH_3$  sind,  $R_1$  nicht Wasserstoff oder OH sein kann.

Derartige kernalkylierte Anthranilsäureester sind beispielsweise solche der allgemeinen Formel



worin

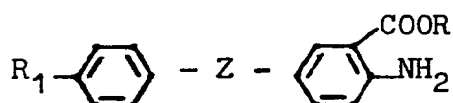
R  $C_1$ - $C_4$ -Alkyl oder Phenyl,

$R_1$  O-Alkyl ( $C_1$ - $C_{18}$ ) oder NH-CO-Alkyl ( $C_1$ - $C_{17}$ ), und

$R_2$  Wasserstoff,  $C_1$ - $C_{18}$ -Alkyl, O-Alkyl ( $C_1$ - $C_{18}$ ) oder Halogen

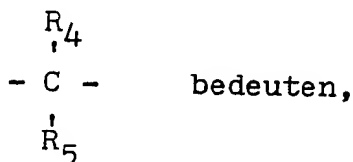
bedeuten,

und der allgemeinen Formel



worin

R C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-Alkyl oder Phenyl,  
 R<sub>1</sub> Wasserstoff oder OH, und  
 Z die Gruppierung



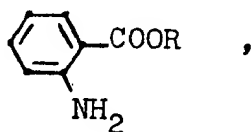
worin

R<sub>4</sub> C<sub>1</sub>-C<sub>18</sub>-Alkyl, und  
 R<sub>5</sub> Wasserstoff oder C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-Alkyl  
 bedeuten, oder

R<sub>4</sub> und R<sub>5</sub> gemeinsam mit dem C-Atom, an  
 das sie gebunden sind, einen  
 5- oder 6-gliedrigen cycloali-  
 phatischen Ring darstellen,  
 wobei R<sub>4</sub> und R<sub>5</sub> nicht beide gleichzeitig  
 CH<sub>3</sub> sein können.

Verbindungen mit den obenangegebenen allgemeinen Formeln  
 sind bisher nicht bekannt geworden.

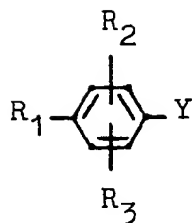
Man erhält die erfindungsgemäßen kernalkylierten Anthranil-  
 säureester, indem man Anthranilsäureester der allgemeinen  
 Formel



worin R C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-Alkyl oder Phenyl bedeutet,

mit einer Verbindung der allgemeinen Formel A

5



A

worin

Y  $\alpha$ -Hydroxy-isopropyl,  $-\overset{\text{H}}{\underset{\text{H}}{\text{C}}} - \text{OH}$ , Cycloalkenyl oder Alkyl ( $\text{C}_1 - \text{C}_{17}$ )

$-\text{C} \begin{array}{l} \text{CH}_2 \\ \text{R}' \end{array}$  bedeutet und

R' für H,  $\text{C}_1 - \text{C}_4$ -Alkyl oder Aryl steht,

R<sub>1</sub> Wasserstoff, OH, O-Alkyl ( $\text{C}_1 - \text{C}_{18}$ ) oder  $\text{NH}-\overset{\text{O}}{\underset{\text{H}}{\text{C}}}-\text{Alkyl}$  bedeutet,

R<sub>2</sub> und R<sub>3</sub> gleich oder verschieden sind, sich in o- oder m-Stellung zum Substituenten R<sub>1</sub> befinden und Wasserstoff,  $\text{C}_1 - \text{C}_{18}$ -Alkyl, O-Alkyl ( $\text{C}_1 - \text{C}_{18}$ ) oder Halogen bedeuten, wobei, wenn Y  $\alpha$ -Hydroxy-isopropyl oder R'  $\text{CH}_3$  sind, R<sub>1</sub> nicht Wasserstoff oder OH sein kann,

in Gegenwart von sauren Tonerden bei Temperaturen von 100 - 235 °C umgesetzt.

Zur Herstellung der erfindungsgemäßen kernalkylierten Anthranilsäureester geeignete Alkylierungsmittel sind beispielsweise Styrol, Isopropenylbenzole, wie p-Amino-isopropenylbenzol, N-(p-Isopropenyl-phenyl)-stearylamid, N-(p-Isopropenyl-o-methoxy-phenyl)-stearylamid, N-(p-Isopropenyl-o-methyl-phenyl)-stearylamid, N-(p-Isopropenyl-o-chlor-phenyl)-stearylamid, N-(p-Isopropenyl-o-brom-phenyl)-stearylamid - die bisher nicht in der Literatur beschriebenen Stearylamine können aus den entsprechenden p-Amino-isopropenylbenzolderivaten (Herstellung gemäß der deutschen Patentschrift 1 191 363) und Stearylchlorid hergestellt werden - 2-(p-Hydroxyphenyl)-2-buten, 2-(p-Hydroxyphenyl)-2-penten,

$\alpha$ -(p-Hydroxyphenyl)-styrol, 1-(p-Hydroxyphenyl)-1-isobuten, p-Cyclohexenylphenol (Herstellung gemäß der deutschen Auslegeschrift 1 235 894), p-Dodecyloxy-isopropenylbenzol, p-Tetradecyloxy-isopropenylbenzol, p-Cetoxy-isopropenylbenzol, dimeres p-Cetoxy-isopropenylbenzol,  $\alpha$ -Hydroxy-p-nitroisopropylbenzol und Gemische all dieser Verbindungen.

Als Anthranilsäureester eignen sich 2-Aminobenzoessäureester, die über eine freie o- oder p-Position in bezug auf die Aminogruppe verfügen, wie Anthranilsäuremethyl-, -äthyl-, -propyl-, -butyl- und -phenylester und Gemische dieser Verbindungen.

Das Molverhältnis von Alkylierungsmittel zu Anthranilsäureester liegt vorzugsweise zwischen etwa 1:3 und etwa 1:10. Es können jedoch auch größere oder kleinere Verhältnisse gewählt werden.

Geeignete Katalysatoren sind Säuren, wie Salzsäure, Schwefelsäure, Phosphorsäure und p-Toluolsulfonsäure. Besonders vorteilhaft sind Tonerden, wie Bentonite, Zeolithe und Montmorillonite, die zusätzlich mit Mineralsäuren aktiviert sind. Die Katalysatormenge kann zwischen 0,5 und 10 Gew.-% des Reaktionsgemisches betragen.

Die Alkylierung kann in Substanz oder in Lösungsmitteln durchgeführt werden. Letzteres empfiehlt sich, wenn das bei der Umsetzung von  $\alpha$ -Hydroxy-isopropylbenzolderivaten auftretende Reaktionswasser entfernt werden soll, was durch azeotrope Destillation leicht möglich ist. Geeignete Lösungsmittel sind unter den Reaktionsbedingungen inerte Kohlenwasserstoffe, wie Toluol, Xylole, o-, m- und p-Dichlorbenzole.

Die Reaktionstemperatur liegt zwischen etwa 100 und 235 °C, vorzugsweise zwischen etwa 140 - 190 °C.

2064305

Die Reaktionszeit läßt sich bei Umsetzung von  $\alpha$ -Hydroxyisopropylbenzolderivaten sehr einfach durch die abgeschiedene Menge Wasser festlegen. Die Reaktionszeit bei Einsatz von Isopropenylbenzolen kann wie die erstgemannte Zeit gewählt werden. Sie schwanken zwischen wenigen Minuten und einigen Stunden.

Die Alkylierung läßt sich diskontinuierlich und kontinuierlich durchführen. Die kontinuierliche Verfahrensweise bietet sich wegen der Verwendung von Tonerden als Katalysatoren an.

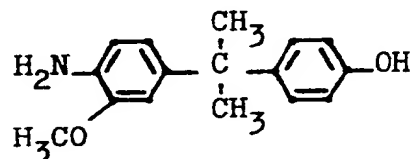
Die Aufarbeitung ist denkbar einfach. Nach Entfernung des Katalysators werden aus dem Reaktionsgemisch das Lösungsmittel und ein Teil des Überschusses an Anthranilsäureester im Vakuum abgedampft, der Rückstand wird dann entweder a) mit Ligroin digeriert, abgesaugt und umkristallisiert oder b) durch Destillation gereinigt.

Die Ausbeuten an kernalkylierten Anthranilsäureestern hängen von der Art der miteinander umgesetzten Komponenten ab, liegen aber im allgemeinen zwischen etwa 70 und etwa 90 % d. Th.

Die erfindungsgemäßen kernalkylierten Anthranilsäureester eignen sich als Viskositätsstabilisatoren bei der Herstellung von Polyamiden sowie für die Herstellung von Azofarbstoffen und Indazolonen, die als Farbkuppler Verwendung finden. Falls die erfindungsgemäßen Produkte als Viskositätsstabilisatoren für Polyamide eingesetzt werden, wird gleichzeitig die Anfärbbarkeit der Polyamide erheblich verbessert. In ihrer oxyäthylierten Form wirken die kernalkylierten Anthranilsäureester als hervorragende Antistatika.

Herstellung der Ausgangsverbindungen über 3 Stufen:

1. Stufe analog dem deutschen Patent 1 217 971



2-(p-Hydroxy-phenyl)-2-(m-methoxy-p-amino-phenyl)-propan



1,23 kg o-Anisidin, 134 g dimeres p-Isopropenylphenol, 200 ml Xylol und 20 g eines Montmorillonit-Katalysators (Bezeichnung "K 20" der Südchemie, München) werden 7,5 Stunden unter Rückfluß erhitzt. Anschließend wird vom Katalysator abgesaugt, das Filtrat eingedampft und der Rückstand aus Benzol umkristallisiert.

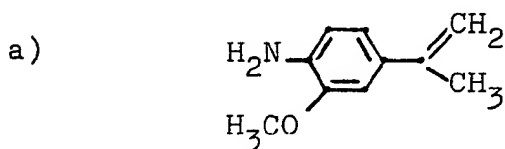
Man erhält 149 g (58 % d. Th.) hellgelbe Kristalle vom Schmelzpunkt 156-157 °C.

Analyse:  $C_{16}H_{19}NO_2$  (257,32)

Berechnet: N 5,44

Gefunden : N 5,49 - 5,51

2. Stufe analog dem deutschen Patent 1 191 363



o-Methoxy-p-isopropenyl-anilin

138 g 2-(p-Hydroxy-phenyl)-2-(m-methoxy-p-aminophenyl)-propan und 4 g  $Ca(OH)_2$  werden unter Stickstoff aufgeschmolzen und im Hochvakuum in eine gekühlte Vorlage von 0,7 l 4 n NaOH und 300 ml Toluol destilliert.

Zeit: 4,5 Stunden

Badtemperatur : 203 - 232 °C

Innentemperatur : 190 - 218 °C

Übergangstemperatur: 92 - 168 °C

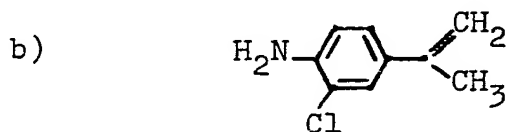
Druck: 0,4 Torr

Als Rückstand bleiben 17 g Harz.

Le A 13 415

- 8 -

Die Schichten der Vorlage werden getrennt, die Toluolphase wird neutralisiert und eingedampft. Der Rückstand wird destilliert. Man erhält 49 g (56 % d. Th.) einer gelben Flüssigkeit, die bei einem Druck von 0,07 Torr bei 95 - 98 °C siedet. Das NMR-Spektrum sichert die Struktur.



o-Chlor-p-isopropenylanilin

151 g 2-(p-Hydroxy-phenyl)-2-(m-chlor-p-aminophenyl)-propan (hergestellt nach dem deutschen Patent 1 217 971) und 4 g  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  werden unter Stickstoff aufgeschmolzen und im Hochvakuum in eine gekühlte Vorlage von 0,7 l 4 n NaOH und 300 ml Toluol destilliert.

Zeit: 8 Stunden

Badtemperatur : 185 - 220 °C

Innentemperatur : 174 - 202 °C

Übergangstemperatur: 76 - 180 °C

Druck: 0,5 - 1,4 Torr

Als Rückstand bleiben 14 g Harz.

Die Schichten der Vorlage werden getrennt, die Toluolphase wird neutralisiert und eingedampft. Der Rückstand wird destilliert. Man erhält 62 g (64,5 % d. Th.) einer farblosen Flüssigkeit, die bei einem Druck von 0,07 Torr bei 76 - 80 °C siedet.

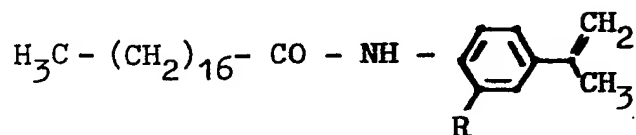
Analyse:  $\text{C}_9\text{H}_{10}\text{ClN}$

Berechnet: N 8,36

Gefunden : N 8,22 - 8,43

## 3. Stufe

Allgemeine Herstellungsvorschrift für Verbindungen der allgemeinen Formel



R = H, CH<sub>3</sub>, OCH<sub>3</sub>, Cl

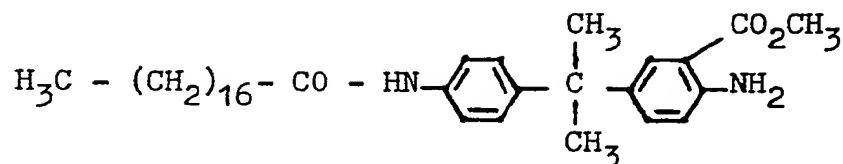
nach dem  
Stand der Technik

0,3 Mol des nach dem deutschen Patent 1 191 363 (2. Stufe) hergestellten Isopropenylanilins werden in 400 ml Methylenchlorid gelöst. Dazu gibt man eine Lösung von 14 g NaOH in 350 ml Wasser. Unter Rühren werden dann 90,75 g Stearalchlorid zugetropft, dabei scheidet sich ein farbloses Festprodukt ab. Dieses wird abgesaugt, mit Wasser gewaschen, getrocknet und ausgewogen. Die Umkristallisation erfolgt aus Äthanol. Man erhält danach farblose Kristalle.

R	Ausbeute	Schmelzpunkt (°C)	Analyse	Berechnet N	Gefunden N
H	96,5 %	108 - 109	C <sub>27</sub> H <sub>45</sub> NO	3,51	3,65-3,71
CH <sub>3</sub>	quantitativ	91 - 94	C <sub>28</sub> H <sub>47</sub> NO	3,39	3,04-3,22
OCH <sub>3</sub>	73 %	71 - 72	C <sub>28</sub> H <sub>47</sub> NO <sub>2</sub>	3,26	3,13-3,39
Cl	quantitativ	80	C <sub>27</sub> H <sub>44</sub> ClNO	3,11	3,17-3,40

11

## Beispiel 1



2-[4-(Stearoylamido)-phenyl]-2-[4-amino-3-methoxy-carbonyl-phenyl]-propan

59,94 g N-(p-Isopropenyl-phenyl)-stearoylamid, 226,5 g Anthranilsäuremethylester und 7 g eines Montmorillonit-Katalysators (Bezeichnung "K 20" der Südchemie, München) werden 6 Stunden auf 170 - 180 °C erhitzt. Nach Absaugen vom Katalysator wird der Überschuß an Anthranilsäuremethylester im Vakuum abdestilliert.

Rohausbeute: 71 g (86 % d. Th.)

Nach Umkristallisation aus Ligroin/A-Kohle erhält man farblose Kristalle vom Schmelzpunkt 67 - 68 °C.

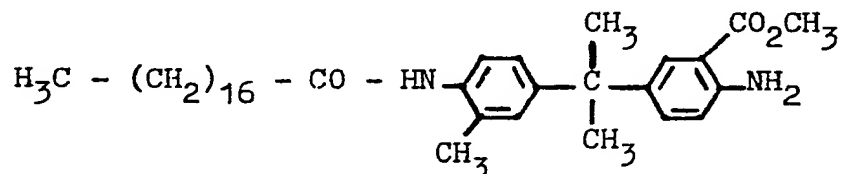
Analyse:  $\text{C}_{35}\text{H}_{54}\text{N}_2\text{O}_3$  (550,80)

Berechnet: C 76,32 H 9,88 N 5,09

Gefunden : C 76,0 - 76,2 H 10,10 N 5,43 - 5,51

Das NMR-Spektrum sichert die Struktur.

## Beispiel 2



2064305

12

2-[4-(Stearoylamido)-3-methyl-phenyl]-2-[4-amino-3-methoxy-carbonylphenyl]-propan

103,5 g N-(p-Isopropenyl-o-methyl-phenyl)-stearoylamid, 378 g Anthranilsäuremethylester und 12 g des Katalysators aus Beispiel 1 werden 6 Stunden auf 174 - 180 °C erhitzt. Nach Absaugen vom Katalysator wird der Überschuß an Anthranilsäuremethylester im Vakuum abdestilliert.

Rohausbeute: 132,9 g (94 % d. Th.).

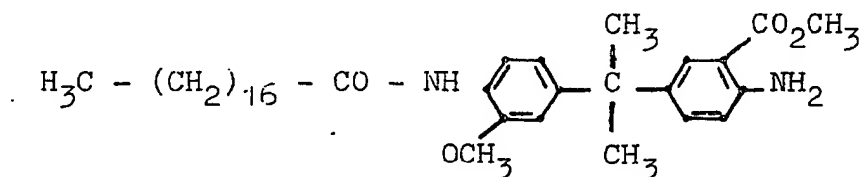
Nach Umkristallisation aus Ligroin erhält man ein gelbes Pulver vom Schmelzpunkt 46 - 47 °C.

Analyse:  $C_{36}H_{56}N_2O_3$  (564,82)

Berechnet: C 76,55 H 9,99 N 4,96

Gefunden : C 76,70 - 76,9 H 9,84 N 4,92 - 5,04

Beispiel 3



2-[4-(Stearoylamido)-3-methoxy-phenyl]-2-[4-amino-3-methoxy-carbonyl-phenyl]-propan

69 g N-(p-Isopropenyl-o-methoxy-phenyl)-stearoylamid, 242 g Anthranilsäuremethylester und 8 g des Katalysators aus Beispiel 1 werden 6 Stunden auf 170 - 178 °C erhitzt. Nach Absaugen vom Katalysator wird der Überschuß an Anthranilsäuremethylester im Vakuum abdestilliert.

Rohausbeute: 84 g (90 % d. Th.)

2064305

**B**

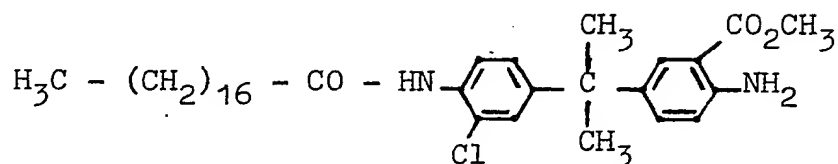
Nach Umkristallisation aus Ligroin erhält man ein hellgelbes Pulver vom Schmelzpunkt 75 - 79 °C.

Analyse:  $C_{36}H_{56}N_2O_4$  (580,82)

Berechnet: C 74,44 H 9,72 N 4,82

Gefunden : C 74,30 - 74,60 H 9,68 N 4,58 - 4,73

Beispiel 4



2-[4-(Stearoylamido)-3-chlor-phenyl]-2-[4-amino-3-methoxy-carbonyl-phenyl]-propan

170 g N-(p-Isopropenyl-o-chlor-phenyl)-stearoylamid, 530 g Anthranilsäuremethylester und 15 g des Katalysators aus Beispiel 1 werden 8 Stunden auf 174 - 178 °C erhitzt. Nach Absaugen vom Katalysator wird der Überschuß an Anthranilsäuremethylester im Vakuum abdestilliert.

Rohausbeute: 224 g (quantitativ)

Nach Umkristallisation aus Petroläther erhält man farblose Kristalle vom Schmelzpunkt 71 - 73 °C.

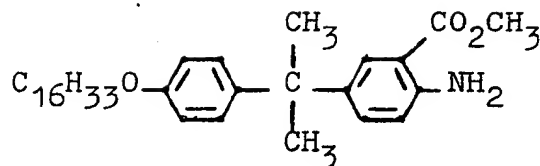
Analyse:  $C_{35}H_{53}ClN_2O_3$  (585,26)

Berechnet: Cl 6,06

Gefunden : Cl 5,95 - 6,11

## Beispiel 5

A

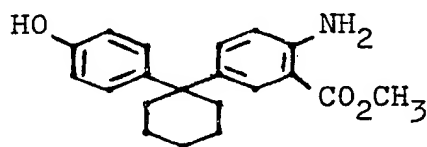


2-(4-Cetoxyphenyl)-2-(4-amino-3-methoxycarbonyl-phenyl)-  
propan

210 g dimeres p-Cetoxy-isopropenyl-benzol, hergestellt nach bekanntem Verfahren aus dimerem Isopropenylphenol und Cetyl bromid, werden mit 600 g Anthranilsäuremethylester und 25 g des Katalysators aus Beispiel 1 unter Stickstoff 30 Minuten auf 225 °C erhitzt. Man saugt warm ab und destilliert den überschüssigen Ester im Vakuum ab. Der Rückstand wird mit Petroläther verrieben, gekühlt und abgesaugt.

Ausbeute : 160 g  
Schmelzpunkt: 70 °C

## Beispiel 6



1-(4-Hydroxy-phenyl)-1-(4-amino-3-methoxycarbonyl-  
phenyl)-cyclohexan

110 g p-Cyclohexenylphenol, 950 g Anthranilsäuremethylester, 10 g des Katalysators aus Beispiel 1 und 70 ml Xylol werden 6 Stunden unter Rückfluß erhitzt. Man saugt warm ab und

2064305

K

destilliert den überschüssigen Anthranilsäureester im Vakuum ab. Der Rückstand wird mit Äther verrieben, gekühlt und abgesaugt.

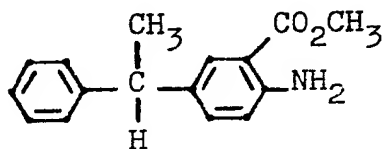
Man erhält 93 g hellgelbe Kristalle vom Schmelzpunkt 200 - 201 °C.

Analyse:  $C_{20}H_{23}NO_3$  (325,39)

Berechnet: C 73,82 H 7,12 N 4,30

Gefunden : C 73,10 - 73,40 H 7,01 N 4,07 - 4,33

Beispiel 7



1-(Phenyl)-1-(4-amino-3-methoxycarbonyl-phenyl)-äthan

52 g Styrol, 755 g Anthranilsäuremethylester, 10 g des Katalysators aus Beispiel 1 und 200 ml Xylol werden wie im Beispiel 3 umgesetzt. Nach Abdampfen des überschüssigen Anthranilsäureesters wird der Rückstand im Hochvakuum destilliert.

Kp<sub>0,7</sub> 171-175 °C

Ausbeute: 84 g (66 % d. Th.)

Analyse:  $C_{16}H_{17}NO_2$  (255,30)

Berechnet: C 75,27 H 6,71 N 5,49

Gefunden : C 75,40 H 6,55 N 5,30 - 5,56

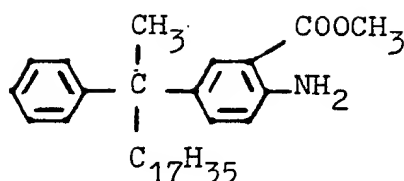
Le A 13 415

- 15 -



## Beispiel 8

16



## 2-Phenyl-2-[4-amino-3-methoxy-carbonylphenyl]-nonadecan

Man erhitzt in einer Destillationsapparatur unter Rühren 1 Mol Phenyl-methyl-heptadecyl-carbinol - das durch Grignardreaktion aus Phenyl-heptadecyl-ke-ton leicht erhältlich ist - mit 5 Mol Anthranilsäuremethylester in 1 l Xylol auf 190 °C in Gegenwart von 30 g des Katalysators aus Beispiel 1. Das entstehende Wasser destilliert azeotrop mit dem Xylol ab. Nach 2 Stunden destilliert man den überschüssigen Ester im Hochvakuum ab und versetzt den Rückstand mit Methanol. Nach längerem Stehen scheiden sich meist Kristalle ab. Eine rasche Reinigung ist mittels Säulenchromatographie möglich (Kieselgel, Laufmittel: Chloroform).

Man erhält farblose Kristalle vom Schmelzpunkt 73 °C.

Berechnet:	C	80,3 %	H	10,3 %	N	2,8 %
Gefunden :	C	79,9 %	H	10,6 %	N	3,0 %

## Beispiel 9

Im folgenden soll die ausgezeichnete Viskositätsstabilisierung der erfindungsgemäßen Verbindungen für Polyamide gezeigt werden. Zu diesem Zweck wurde die nach Beispiel 1 hergestellte Verbindung monomerem Caprolactam zugesetzt und anschließend polymerisiert. Die relative Viskosität wurde in einer m-Kresol-Lösung, die 1 g Caprolactam in 100 ml m-Kresol gelöst enthielt, bestimmt.

2064305

17

Zusatz der Verbindung gemäß  
Beispiel 1 in Gew.-% bezogen auf  
eingesetztes Caprolactam

Relative  
Viskosität

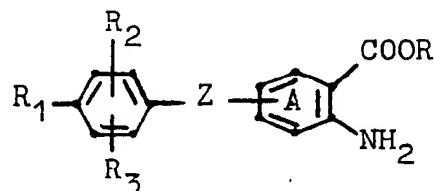
---

0	4,93
0,1	3,95
1,0	3,37
3,0	2,41

## Patentansprüche

18

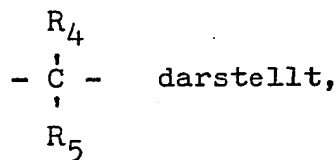
## 1. Kernalkylierte Anthranilsäureester der allgemeinen Formel



worin

R C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-Alkyl oder Phenyl,R<sub>1</sub> Wasserstoff, OH, O-Alkyl (C<sub>1</sub>-C<sub>18</sub>) oder NH-CO-Alkyl (C<sub>1</sub>-C<sub>17</sub>) bedeuten,R<sub>2</sub> und R<sub>3</sub> gleich oder verschieden sein können, in o- oder m-Stellung zu R<sub>1</sub> stehen und Wasserstoff, C<sub>1</sub>-C<sub>18</sub>-Alkyl, O-Alkyl (C<sub>1</sub>-C<sub>18</sub>) oder Halogen bedeuten,

Z in o- oder p-Stellung zur Aminogruppe des Kerns A steht und die Gruppierung

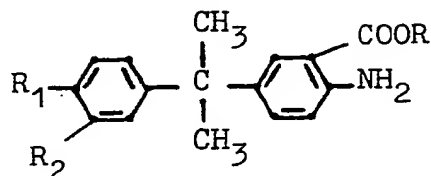


worin

R<sub>4</sub> C<sub>1</sub>-C<sub>18</sub>-Alkyl, undR<sub>5</sub> Wasserstoff oder C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-Alkyl oder Aryl ist, oderR<sub>4</sub> und R<sub>5</sub> gemeinsam mit dem C-Atom, an das sie gebunden sind, einen 5- oder 6-gliedrigen cycloaliphatischen Ring darstellen,wobei, wenn R<sub>4</sub> und R<sub>5</sub> beide CH<sub>3</sub> sind, R<sub>1</sub> nicht Wasserstoff oder OH sein kann.

19

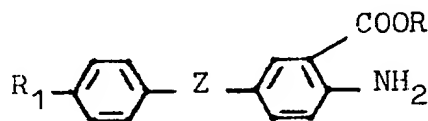
2. Kernalkylierte Anthranilsäureester gemäß Anspruch 1  
der allgemeinen Formel



worin

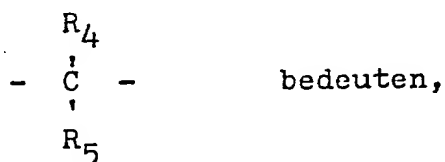
- R C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-Alkyl oder Phenyl,  
 R<sub>1</sub> O-Alkyl (C<sub>1</sub>-C<sub>18</sub>) oder NH-CO-Alkyl (C<sub>1</sub>-C<sub>17</sub>) und  
 R<sub>2</sub> Wasserstoff, C<sub>1</sub>-C<sub>18</sub>-Alkyl, O-Alkyl (C<sub>1</sub>-C<sub>18</sub>)  
 oder Halogen bedeuten.

3. Kernalkylierte Anthranilsäureester gemäß Anspruch 1 der  
allgemeinen Formel



worin

- R C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-Alkyl oder Phenyl,  
 R<sub>1</sub> Wasserstoff oder OH und  
 Z die Gruppierung



worin

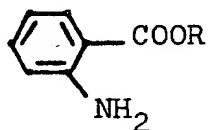
$R_4$   $C_1$ - $C_{18}$ -Alkyl und

$R_5$  Wasserstoff oder  $C_1$ - $C_4$ -Alkyl  
bedeuten oder

$R_4$  und  $R_5$  gemeinsam mit dem C-Atom, an das  
sie gebunden sind, einen 5- oder 6-  
gliedrigen cycloaliphatischen Ring  
darstellen,

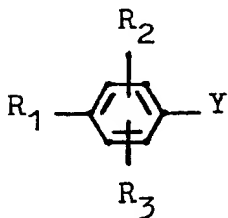
wobei  $R_4$  und  $R_5$  nicht beide gleichzeitig  
 $CH_3$  sein können.

4. Verfahren zur Herstellung kernalkylierter Anthranilsäure-  
ester, dadurch gekennzeichnet, daß man Anthranilsäure-  
ester der allgemeinen Formel



worin R  $C_1$ - $C_4$ -Alkyl oder Phenyl bedeutet,

mit einer Verbindung der allgemeinen Formel



worin

Y  $\alpha$ -Hydroxy-isopropyl,  $\begin{array}{c} \text{H} \\ | \\ - \text{C} - \text{OH} \\ | \\ \text{Alkyl (C}_1\text{-C}_{17}) \end{array}$ ,

21

Cycloalkenyl oder  $-\text{C} \begin{array}{l} \text{CH}_2 \\ \text{R}' \end{array}$  bedeutet

und R' für H, C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-Alkyl oder Aryl steht,  $\text{O}$

R<sub>1</sub> Wasserstoff, OH, O-Alkyl (C<sub>1</sub>-C<sub>18</sub>) oder NH-C(=O)-Alkyl (C<sub>1</sub>-C<sub>17</sub>) bedeutet,

R<sub>2</sub> und R<sub>3</sub> gleich oder verschieden sind, sich in o- oder m-Stellung zum Substituenten R<sub>1</sub> befinden und Wasserstoff, C<sub>1</sub>-C<sub>18</sub>-Alkyl, O-Alkyl (C<sub>1</sub>-C<sub>18</sub>) oder Halogen bedeuten, wobei, wenn Y α-Hydroxyisopropyl oder R' CH<sub>3</sub> sind, R<sub>1</sub> nicht Wasserstoff oder OH sein kann,

in Gegenwart von sauren Tonerden bei Temperaturen von 100 - 235 °C umgesetzt.